

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE
SERVICE
de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

BREVET D'INVENTION

P.V. n° 943.935

Classification internationale

1.365.739

C 09 j



Procédé de fabrication de bains de colle mousse à haute stabilité et de structure microfine et bains de colle mousse conformes à ceux obtenus.

Société dite : VEB LEUNA-WERKE « WALTER ULRICH » résidant en République Démocratique Allemande.

Demandé le 6 août 1963, à 16^h 41^m, à Paris.

Délivré par arrêté du 25 mai 1964.

(*Bulletin officiel de la Propriété industrielle*, n° 27 de 1964.)

L'objet de la présente invention est un procédé pour la fabrication de bains de colle mousse à haute stabilité et de structure microfine à partir de colles de résines synthétiques, en particulier de colles d'aminoplastes.

Il est connu d'utiliser dans la technique des feuilles de placage et des contreplaqués, des bains de colle mousse qui sont préparés à partir de colles de résines synthétiques avec utilisation d'agents moussants. Les colles mousse, préparées de façon connue, peuvent être facilement appliquées, avec une répartition régulière, sur les surfaces à coller, ce qui permet d'obtenir des collages de haute qualité avec des quantités minimales de colle.

On connaît les procédés les plus divers pour la préparation des colles mousse. Ils sont tous basés sur le principe qui consiste à produire des bulles de gaz ou d'air en très fine division dans la colle liquide, en présence de substances réalisant ou favorisant la formation de mousse, éventuellement avec addition de produits de charge ou de dilution ainsi que d'eau de dilution, et, si nécessaire, d'un agent de durcissement. La fine répartition de l'air dans le mélange de colle est alors réalisée par une intense agitation dans un agitateur rapide ou selon d'autres méthodes connues. Il est également connu de produire un gaz, par exemple de l'acide carbonique, dans le bain de colle lui-même et à donner de cette manière à la colle, le caractère mousse.

Comme agents moussants, on utilise, dans les procédés connus pour la production de colles mousse, de l'acide naphtalènesulfonique butylé, éventuellement en mélange avec des substances protéiques, des alkylsulfonates, des alkylarylsulfonates, des alkylphénols oxyéthylés, ainsi que d'autres composés organiques naturels ou synthétiques de poids moléculaire assez élevé. La colle est additionnée d'agent moussant et ce mélange est battu pour former une mousse, dans un agitateur rapide,

dont l'élément agitateur est de préférence constitué sous forme de panier de battage, en ajoutant les additifs nécessaires, tels que produits de charge ou de dilution, agents durcisseurs et eau de dilution, ledit battage s'effectuant jusqu'à ce que le volume de la pâte ait atteint environ le double du volume initial.

Les mousses de colle ainsi obtenues possèdent bien tout d'abord une consistance crèmeuse, à pores fins, mais elles retombent au bout de quelques heures au volume initial du bain de colle. La mousse initialement crèmeuse et à pores fins se transforme progressivement par éclatement des petites bulles, en une mousse à pores grossiers, jusqu'à ce que finalement toute la mousse de colle se soit affaissée.

Lors de l'emploi de telles colles mousse, dont la stabilité à l'air libre est au maximum de 45 mn, selon les données de la littérature, à cause de la stabilité relativement faible de la mousse, le pressage subséquent doit autant que possible s'effectuer immédiatement, ce qui introduit une grande insécurité dans cette technique spéciale de collage.

On connaît aussi un procédé selon lequel on obtient des bains de colle mousse qui correspondent dans chaque cas, en ce qui concerne la stabilité de la mousse, aux temps de séjour en pots déterminés des colles non moussantes et lesdits bains conservent leur consistance crèmeuse et à pores fins, de même que le volume qu'ils ont atteint, jusqu'au moment de leur durcissement. On y parvient en employant uniquement une substance protéique, sans aucune addition d'autres agents produisant ou favorisant la formation de mousse, en réalisant la mousse de la colle par un mode opératoire selon lequel on bat tout d'abord en mousse la substance protéique conjointement avec l'eau et éventuellement avec l'agent durcisseur, dans un système agitateur rapide, en introduisant ensuite dans la mousse produite, sous une nouvelle agitation, la

64 2191 0 73 404 3 ◆

Prix du fascicule : 2 francs

BEST AVAILABLE COPY

[1.365.739]

— 2 —

colle, les agents de charge et de dilution, ainsi que de l'eau de dilution, et en poursuivant l'agitation jusqu'à ce que le mélange de colle moussant possède une consistance crémeuse et ait atteint un volume double de celui des matériaux mis en œuvre.

La présente invention concerne un procédé de fabrication de bains de colle mousse à haute stabilité, de structure microfine, en colles de résines synthétiques, en particulier de colles d'aminoplastes, à l'aide d'agents moussants et éventuellement d'un agent durcisseur, procédé caractérisé par ce que l'on ajoute, aux bains de colle mousse à préparer, en tant que stabilisants, des composés inorganiques ou organiques du cuivre.

Le procédé de l'invention évite notamment la préparation préalable de l'agent moussant.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on utilise le composé du cuivre dans une proportion de 10 à 40 % en poids calculé sur la base de la solution d'agent moussant. Par une addition inférieure à 10 %, il ne se produit qu'une stabilisation insuffisante des mousses, tandis qu'une proportion supérieure à 40 % ne donne pas une amélioration supplémentaire de la stabilité de la mousse. Les proportions optimales se situent entre 20 et 30 %.

L'invention concerne également, à titre de produits industriels nouveaux, les bains de colles mousse conformes à ceux obtenus par les procédés précédents ou procédés similaires.

Comme agents moussants, ce sont en particulier les alkylsulfonates ayant une longueur de chaîne de C_{12} à C_{18} , les alkylarylsulfonates (alkyl = C_8 à C_{16}) ou les naphtalènesulfonates butylés, soit seuls, soit en mélange entre eux, qui se sont révélés appropriés. On les emploie de préférence sous la forme de solutions aqueuses à 35-40 %, dans une proportion de 0,5 à 2 % en poids par rapport à la quantité de colle.

Dans le procédé selon l'invention, il n'est pas nécessaire d'ajouter des produits de dilution, tels qu'amidons, farines d'amidon et protéiques solubles dans l'eau froide, ou produits analogues. Même sans ces additions, on obtient des colles mousse d'une structure parfaitement stable. La résistance à l'eau des collages correspond à celle que l'on peut obtenir des colles non chargées. Un autre avantage des bains de colle mousse obtenus selon l'invention consiste en ce qu'on peut incorporer dans les mousses des agents d'hydrofugation, tels que des émulsions de paraffine, sans que la stabilité de la mousse s'en trouve affectée. Un avantage particulier est représenté par le fait que, dans le cas de placages fortement poreux, les parties de colle qui les traversent éventuellement, acceptent les morceaux usuels du commerce utilisés pour la coloration.

La préparation des bains de colle mousse, par exemple en colles d'aminoplastes, peut être effectuée selon le procédé de l'invention avantageusement de la manière suivante : la colle de résine synthétique est bien mélangée, pendant 3 mn environ, dans un système agitateur rapide, avec un agent durcisseur liquide connu, à base d'urée-hexaméthylénététraminechlorure d'ammonium; le mélange ainsi obtenu, après addition de l'agent moussant et du stabilisant, éventuellement après addition d'eau de dilution ou d'émulsion de paraffine ou des deux à la fois, est agité de façon intensive jusqu'à obtention d'une colle mousse d'un volume double de celui de la pâte initiale. Le bain de colle mousse ainsi obtenu est d'une structure microfine et conserve sa consistance, ainsi que le volume atteint, jusqu'au moment du durcissement.

Exemple 1. — Dans un agitateur rapide, on mélange bien, pendant 3 mn, 50 kg d'une colle de résine urée, ayant une teneur en résine solide de 70 % et une viscosité de 1 500 cp à 20 °C, avec 5 kg d'un durcisseur liquide, composé d'une solution de 500 g de sulfate d'ammonium, 1 100 g d'urée et 400 g d'hexaméthylénététramine dans 3 000 g d'eau. Après addition de 0,38 kg d'une solution aqueuse à 35 % de monosulfonate d'alkyle, d'une longueur de chaîne de C_{12} à C_{18} (moyenne de C_{12}), et de 0,12 kg de sulfate de cuivre (II). 5 H₂O, le mélange est agité intensément pendant encore 3-4 mn jusqu'à ce qu'on ait une colle mousse ayant environ un volume double de celui de la pâte initiale.

Exemple 2. — Dans un agitateur rapide, on mélange bien, pendant 3 mn, 50 kg d'une colle de résine mélamine, ayant une teneur en résine solide de 50 % et une viscosité de 2 000 cp à 20 °C, avec 5 kg d'un durcisseur liquide selon l'exemple 1. Après addition de 0,5 kg d'un alkylarylsulfonate aqueux à 37 % (alkyl = C_8 à C_{16} ; moyenne C_{12}) et de 0,15 kg de sulfate de cuivre (II). 5 H₂O finement cristallin, le mélange est agité pendant encore 6 mn jusqu'à ce qu'on ait une colle mousse d'un volume qui est environ le double de celui de la pâte initiale.

Exemple 3. — 50 kg de colle de résine urée, ayant une teneur en résine solide de 70 % et une viscosité de 1 800 cp à 20 °C sont bien mélangés, pendant 3 mn, avec 5 kg d'un durcisseur liquide selon l'exemple 1, dans un système agitateur rapide. On introduit ensuite dans ce mélange, en agitant encore, une solution de 0,1 kg de chlorure de cuivre (II). 2 H₂O dans 0,2 kg d'un alkylarylsulfonate aqueux à 35 % (alkyl = C_8 à C_{16} ; moyenne C_{12}) et 0,2 kg d'un naphtalènesulfonate butylé, puis on continue l'agitation pendant 4 mn jusqu'à ce qu'on obtienne une colle mousse ayant environ un volume double de celui de la pâte initiale.

Exemple 4. — A un mélange de 50 kg de colle de résine urée, ayant une teneur de 65 % en résine solide et une viscosité de 2 500 cp à 20 °C, et de 4 kg de durcisseur liquide selon l'exemple 1, que l'on a obtenu par agitation dans un agitateur rapide en 3 mn environ, on ajoute 0,5 kg d'un mélange consistant en 0,2 kg d'un monosulfonate d'alkyle aqueux à 35 %, ayant une longueur de chaîne de C₁₂ à C₁₈ (moyenne C₁₅), 0,2 kg d'un alkylarylsulfonate aqueux à 37 % (alkyl = C₈ à C₁₆; moyenne C₁₂) et 0,1 kg d'acétate de cuivre II. 1 H₂O, puis le mélange est intensément agité pendant encore 4 mn, jusqu'à ce que l'on obtienne une colle mousse d'un volume qui est à peu près le double de celui de la pâte initiale.

Exemple 5. — Dans un agitateur rapide, on mélange bien, pendant 3 mn, 50 kg d'une colle de résine urée, ayant une teneur en résine solide de 70 % et une viscosité de 1 600 cp à 20 °C, avec 5 kg d'un durcisseur liquide selon l'exemple 1. Dans le mélange ainsi obtenu, on introduit successivement une solution de 0,15 kg de sulfate de cuivre II. 5 H₂O dans 0,4 kg d'un monosulfonate d'alkyle aqueux à 35 % ayant une longueur de chaîne de C₁₂ à C₁₈ (moyenne C₁₅), 3,0 kg d'une émulsion aqueuse de paraffine, ayant une teneur en paraffine solide de 40 %, et 2,5 kg d'eau. Ensuite on agite intensément le mélange pendant encore 4 mn, jusqu'à ce qu'on obtienne une colle mousse d'un volume qui est à peu près le double de celui de la pâte initiale.

Exemple 6. — Dans un agitateur rapide, on mélange bien, pendant 5 mn, 50 kg d'une colle de résine urée, ayant une teneur en résine solide de 65 % et une viscosité de 2 500 cp à 20 °C, 5 kg d'un durcisseur, consistant en un mélange de 4,25 kg de mélamine et 0,75 kg de chorure d'ammonium, ainsi que 2,5 kg d'eau. Après addition de 0,60 kg d'une solution aqueuse de monosulfonate d'alkyle à 35 %, ayant une longueur de chaîne de C₁₂ à C₁₈ (moyenne C₁₅), et de 0,11 kg de nitrate de cuivre (II) à 3 H₂O, le mélange est agité pendant encore 6 mn, jusqu'à ce qu'on obtienne une colle mousse d'un volume qui est environ le double de celui de la pâte initiale.

Tous les bains de colle mousse obtenus selon

les exemples présentent une structure microfine et ils conservent leur consistance, ainsi que le volume qu'ils ont atteint, jusqu'au moment du durcissement.

Il est bien évident que l'invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation ci-dessus décrits et représentés et à partir desquels on pourra prévoir d'autres formes et d'autres modes de réalisation sans pour cela sortir du cadre de l'invention.

RÉSUMÉ

L'invention s'étend notamment aux caractéristiques ci-après et à leurs diverses combinaisons possibles :

1° Procédé de fabrication de bains de colle mousse à haute stabilité, de structure microfine, en colles de résines synthétiques, en particulier de colles d'aminoplastes, à l'aide d'agents moussants et éventuellement d'un agent durcisseur, procédé caractérisé parce que l'on ajoute, aux bains de colle mousse à préparer, en tant que stabilisants, des composés inorganiques ou organiques du cuivre;

2° On ajoute des composés du cuivre dans une proportion de 10 à 40 % en poids, basée sur la solution d'agent moussant;

3° On ajoute comme stabilisants du sulfate, du chlorure, de l'acétate ou du nitrate de cuivre;

4° Les stabilisants sont ajoutés dans une proportion de 20 à 30 % en poids, basée sur la solution d'agent moussant mise en œuvre;

5° On utilise, comme agent moussant, des alkylsulfonates (C₁₂ à C₁₈), des alkylarylsulfonates (alkyl = C₈ à C₁₆) ou des naphtalènesulfonates butylés, seuls ou en mélange entre eux;

6° On utilise l'agent moussant sous forme d'une solution aqueuse à 35-40 %, dans une proportion de 0,5-2 % en poids, calculée sur la base de la quantité de colle;

7° A titre de produits industriels nouveaux, les bains de colle mousse conformes à ceux obtenus par les procédés précédents ou procédés similaires.

Société dite :
VEB LEUNA-WERKE « WALTER ULRICH »
Par procuration :
BERT & DE KERAVENANT

BEST AVAILABLE COPY